



AUSGEGEBEN AM  
8. DEZEMBER 1928

REICHSPATENTAMT  
PATENTSCHRIFT

№ 469 288

KLASSE 22a GRUPPE 9

F 60020 IV/22a

Tag der Bekanntmachung über die Erteilung des Patents: 22. November 1928

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges. in Frankfurt a. M.\*)

Verfahren zur Darstellung entwickelbarer Trisazofarbstoffe

Patentiert im Deutschen Reiche vom 15. Oktober 1925 ab

Es wurde gefunden, daß man dadurch zu neuen grünen waschechten Baumwollfarbstoffen gelangt, daß man die sich von Acidyl-  
aminen bzw. Nitraminen und einer weiterdiazotierbaren Mittelkomponente ableitenden Amino-  
azokörper mit den eine außenständige Amino-  
gruppe enthaltenden Derivaten einer Amino-  
naphtholsulfosäure, wie der 2,5-, 2,8- oder  
1,8-Aminonaphtholsulfosäuren, kombiniert,  
weiterdiazotiert und mit Methylketol bzw. Pyr-  
azolonen oder ihren Derivaten vereinigt und  
die Acidylgruppe abspaltet bzw. die Nitro-  
gruppe reduziert.

Je nach der Wahl des Aminoazokörpers  
und der Aminonaphtholkomponenten erhält  
man Farbtöne von tiefen dunklen bis zu sehr  
klaren grünen Nuancen und guter Lichtecht-  
heit. Im Gegensatz zu den bisher bekannten  
entwickelbaren Grüns (vgl. z. B. die Patent-  
schrift 273934), die direkt blau anfärben  
und sich zu Grün entwickeln lassen, färben  
sie schon sofort ein klares Grün an und las-  
sen sich mit  $\beta$ -Naphthol zu klaren grünen  
und echten Tönen entwickeln. Selbstverständ-  
lich lassen sich auch die anderen üblichen  
Entwickler, wie z. B. Pyrazolon, benutzen.

Beispiel 1

23 Gewichtsteile 4-Acetylamino-1-amino-  
benzol-2-sulfosäure werden mit Soda neutral

gelöst und bei 10° mit 30 Gewichtsteilen  
roher Salzsäure und 6,9 Gewichtsteilen Nitrit  
diazotiert. Die Diazotierung läuft in eine  
mit Acetat versetzte neutrale Lösung von 26,7  
Gewichtsteilen 1,2-Aminonaphtholäthyläther-  
6-sulfosäure. Das isolierte und wieder ange-  
schlammte Zwischenprodukt wird mit 25 Ge-  
wichtsteilen 16 %iger Natronlauge in das Na-  
tronsalz übergeführt und bei etwa 15° mit  
69 Gewichtsteilen roher Salzsäure und 6,9  
Gewichtsteilen Nitrit diazotiert. Das isolierte  
Diazotierungsprodukt wird bei 0° konzentriert  
mit 30,5 Gewichtsteilen p-Aminobenzoyl-2-  
amino-5-naphthol-7-sulfosäure gekuppelt. Der  
Disazofarbstoff wird sorgfältig isoliert, erneut  
angerührt und wiederum mit 69 Gewichts-  
teilen roher Salzsäure und 6,9 Gewichtsteilen  
Nitrit diazotiert und mit 13,0 Gewichtsteilen  
Methylphenylpyrazolon sodaalkalisch gekup-  
pelt. Durch Erhitzen in schwach alkalischer  
oder saurer Lösung wird die Acetylgruppe  
abgespalten und der fertige Farbstoff in üb-  
licher Weise isoliert. Er färbt direkt ein  
sehr klares Grün, das mit  $\beta$ -Naphthol oder  
Methylphenylpyrazolon entwickelt ein klares  
Grün bleibt.

Beispiel 2

Der wie in Beispiel 1 aus 23 Gewichts-  
teilen Acetylaminoanilin-2-sulfosäure und 26,7  
Gewichtsteilen 1,2-Aminonaphtholäthyläther-

\*) Von dem Patentsucher ist als der Erfinder angegeben worden:

Dr. Ernst Fellmer in Leverkusen b. Köln a. Rh.

6-sulfosäure gekuppelte und weiterdiazotierte Monoazofarbstoff wird ganz konzentriert bei 0° bei schwacher ammoniakalkalischer Reaktion mit 30,5 Gewichtsteilen p-Aminobenzoyl-  
 5 2-amino-8-naphthol-6-sulfosäure gekuppelt. Der mit Salz isolierte Farbstoff wird mit 69 Gewichtsteilen roher Salzsäure und 6,9 Gewichtsteilen Nitrit bei etwa 15° diazotiert und sauer mit 10,0 Gewichtsteilen Methylketol  
 10 kombiniert. Die Acetylgruppe wird schwach sauer oder alkalisch durch Erhitzen abgespalten und dann der Farbstoff sodaalkalisch wie üblich isoliert. Er färbt direkt ein Grün, mit  $\beta$ -Naphthol entwickelt ein Schwarzgrün,  
 15 mit Pyrazolon ein Tiefgrün.

#### Beispiel 3

28 Gewichtsteile 1,4-Acetylnaphthylendi-amin-6-sulfosäure werden mit Soda neutral  
 20 gelöst und mit 30 Gewichtsteilen roher Salzsäure und 6,9 Gewichtsteilen Nitrit bei etwa 15° diazotiert und essigsauer mit einer Lösung von 22,3 Gewichtsteilen 1,6-Naphthylaminsulfosäure gekuppelt. Bei Zimmertempe-  
 25 ratur wird mit 69 Gewichtsteilen roher Salzsäure und 6,9 Gewichtsteilen Nitrit weiterdiazotiert und mit einer Lösung von 35,8 Gewichtsteilen p-Aminobenzoyl-1-amino-8-naphthol-4-sulfosäure sodaalkalisch gekup-  
 30 pelt. Der ausgesalzene Farbstoff wird wieder angerührt und bei 18° mit 69 Gewichtsteilen roher Salzsäure und 6,9 Gewichtsteilen Nitrit weiterdiazotiert und sodaalkalisch mit 17,4 Gewichtsteilen Methylphenylpyrazolon verei-  
 35 nigt. Durch Erhitzen des isolierten Farbstoffs in schwach saurer oder alkalischer Lösung wird die Acetylgruppe abgespalten und der Farbstoff wie üblich isoliert. Er färbt direkt ein Grün, das auch beim Entwickeln mit  
 40  $\beta$ -Naphthol und Pyrazolon bleibt.

#### Beispiel 4

26 Gewichtsteile 4-Oxalylamino-1-anilin-3-sulfosäure werden mit Soda neutral gelöst  
 45 und bei 10° mit 30 Gewichtsteilen roher Salzsäure und 6,9 Gewichtsteilen Nitrit diazotiert und mit einer sauren Lösung von 18,7 Gewichtsteilen Aminonaphtholäther vereinigt und mit Acetatlösung die congosaure Reaktion  
 50 abgestumpft. Der congosaure isolierte Aminozokörper wird mit 69 Gewichtsteilen roher Salzsäure und 6,9 Gewichtsteilen Nitrit weiterdiazotiert und die isolierte Diazotierung konzentriert bei 0° in schwach ammoniakalkalischer

Lösung mit 30 Gewichtsteilen Aminophenyl-2-naphthimidazol-5-oxy-7-sulfosäure gekuppelt. Der isolierte Farbstoff wird bei gewöhnlicher Temperatur mit 69 Gewichtsteilen roher Salzsäure und 6,9 Gewichtsteilen Nitrit weiterdiazotiert und mit 10 Gewichtsteilen Methylketol gekuppelt. Die Oxalylgruppe wird in analoger Weise abgespalten und der Farbstoff wie üblich sodaalkalisch isoliert. Er färbt direkt ein blaustichiges Grün, nach dem Entwickeln mit  $\beta$ -Naphthol ein grau-  
 60 stichiges Grün und nach dem Entwickeln mit Pyrazolon ein Grün.

An Stelle der in Beispiel 1 genannten Acetyl-p-phenyldiaminsulfosäure können auch andere acetylierte p-Phenyl- oder Naphthylendiamine sowie ihre Halogen-, Oxalkyl-, Sulfo- oder Carbonsäurederivate verwandt  
 70 werden.

Als Mittelkomponente eignen sich besonders Aminokresoläther,  $\alpha$ -Naphthylamin, 1-Naphthylamin-6- oder 7-sulfosäure, 1,5-Aminonaphthol-7-sulfosäure, 1,2-Aminonaphtholäther und deren Sulfosäuren, mit der Maßgabe, daß die Diazotierungskomponenten der Naphthalinreihe besser mit  $\alpha$ -Naphthylamin  
 80 und seinen Derivaten, die der Benzolreihe besser mit den Aminokresol- bzw. -naphtholäthern kombiniert werden.

An Stelle der Aminobenzoyl-2-amino-5-naphthol-7-sulfosäure können andere Derivate  
 85 mit außenständiger Aminogruppe der 2,5-, 2,8- oder 1,8-Aminonaphtholmono- oder disulfosäuren verwandt werden, wie z. B. Aminobenzoyl-, Aminophenyl-naphthimidazol-, Aminophenyl-naphthothiazolderivate der genannten  
 90 Aminonaphtholsulfosäuren.

#### PATENTANSPRUCH:

Verfahren zur Darstellung entwickelbarer Trisazofarbstoffe, darin bestehend, daß man die sich von Nitro- bzw. Acidyl-p-diaminen oder ihren Derivaten und einer weiterdiazotierbaren Mittelkomponente ableitenden Aminoazokörper mit einem eine  
 95 außenständige Aminogruppe enthaltenden Derivat einer Aminonaphtholsulfosäure kombiniert, die erhältlichen Disazofarbstoffe weiterdiazotiert und mit Methylketol bzw. Methylphenylpyrazolon oder ihren  
 105 Derivaten kuppelt und die Acidylgruppe der Anfangskomponente abspaltet bzw. die Nitrogruppe reduziert.